

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-075859

(43)Date of publication of application : 11.03.2004

(51)Int.Cl.

C09K 3/14
B24B 57/02
H01L 21/304

(21)Application number : 2002-238541

(71)Applicant : CHUBU KIRESUTO KK
KIRESUTO KK

(22)Date of filing : 19.08.2002

(72)Inventor : NANBU NOBUYOSHI
ITO OSAMU

(54) METHOD FOR CLEANING POLISHING SLURRY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To develop a cleaning method for cleaning polishing slurry such as CMP (Chemical Mechanical Polishing) slurry by efficiently removing a metal ion from the polishing slurry, preventing metal contamination of semiconductor wafers, etc., as much as possible or further capable of recycling the polishing slurry without hindrance.

SOLUTION: The method for cleaning the polishing slurry comprises efficiently capturing an ion of a metal such as iron, aluminum, copper, nickel, zinc, chromium, molybdenum or tungsten existing in the polishing slurry and removing the metal ion by using a chelate-forming fiber obtained by introducing a functional group having a metal chelate-forming ability into a fiber molecule and adding the fiber to the polishing slurry.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-75859

(P2004-75859A)

(43) 公開日 平成16年3月11日 (2004.3.11)

(51) Int. Cl.⁷C09K 3/14
B24B 57/02
H01L 21/304

F I

C09K 3/14 550D
B24B 57/02
H01L 21/304 622D

テーマコード (参考)

3C047

審査請求 未請求 請求項の数 11 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2002-238541 (P2002-238541)
(22) 出願日 平成14年8月19日 (2002.8.19)(71) 出願人 596148629
中部キレスト株式会社
大阪市阿倍野区旭町1丁目2番7-110
2号
(71) 出願人 592211194
キレスト株式会社
大阪市阿倍野区旭町1丁目2番7-110
2号
(74) 代理人 100067828
弁理士 小谷 悦司
(74) 代理人 100075409
弁理士 植木 久一
(72) 発明者 南部 信義
三重県四日市市日永東3丁目3-3 中部
キレスト株式会社四日市工場内
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨スラリーの清浄化法

(57) 【要約】

【課題】 CMP (Chemical Mechanical Polishing) スラリーの如き研磨スラリーから金属イオンを効率よく除去して清浄化し、半導体ウエハなどの金属汚染を可及的に防止し、或いは更に、研磨スラリーを支障なくリサイクル使用し得るような清浄化法を開発すること。

【解決手段】 金属キレート形成能を有する官能基が繊維分子中に導入されたキレート形成性繊維を使用し、研磨スラリー中に存在する例えば鉄、アルミニウム、銅、ニッケル、亜鉛、クロム、モリブデン、タングステンなどの金属イオンを効率よく捕捉除去して清浄化する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】

金属キレート形成能を有する官能基が繊維分子中に導入されたキレート形成性繊維を使用し、研磨スラリー中に存在する金属イオンを除去することを特徴とする研磨スラリーの清浄化法。

【請求項2】

金属キレート形成能を有する官能基が、アミノポリカルボン酸基またはリン酸基である請求項1に記載の清浄化法。

【請求項3】

金属キレート形成能を有する官能基が、アミノポリカルボン酸基またはリン酸基よりなる酸型官能基の少なくとも1部をアルカリ金属塩またはアンモニウム塩としたものである請求項1に記載の清浄化法。

【請求項4】

金属キレート形成能を有する官能基が、アミノポリオール基である請求項1に記載の清浄化法。

【請求項5】

金属キレート形成能を有する官能基が、イミノ二酢酸基、ニトリロ三酢酸基、エチレンジアミン三酢酸基、エチレンジアミン四酢酸基、ジエチレントリアミン五酢酸基、エチレンジアミンニコハク酸基、グルタミン酸二酢酸基、N-メチル-D-グルカミン基、D-グルカミン基よりなる群から選択される少なくとも1種である請求項1～4のいずれかに記載の清浄化法。

【請求項6】

前記繊維として、分子中に水酸基を有するものを使用する請求項1～5のいずれかに記載の清浄化法。

【請求項7】

前記繊維としてセルロース系繊維を使用する請求項6に記載の清浄化法。

【請求項8】

清浄化される研磨スラリーが半導体ウエハ用研磨スラリーである請求項1～7のいずれかに記載の清浄化法。

【請求項9】

除去する金属イオンが、鉄、アルミニウム、銅、ニッケル、亜鉛、クロム、モリブデン、タングステンよりなる群から選択される少なくとも1種である請求項1～8のいずれかに記載の清浄化法。

【請求項10】

前記キレート形成性繊維を研磨スラリーに添加し、該研磨スラリー中に含まれる金属イオンを捕捉除去する請求項1～9のいずれかに記載の清浄化法。

【請求項11】

前記キレート形成性繊維を容器内に充填し、該容器内に研磨スラリーを通すことによって、該研磨スラリー中に含まれる金属イオンを捕捉除去する請求項1～9のいずれかに記載の清浄化法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、繊維分子中にキレート形成性官能基が導入されたキレート形成性繊維を用いて、例えば半導体ウエハ研磨用のCMP (Chemical Mechanical Polishing) スラリー中に含まれる微量の金属イオン、例えば鉄、アルミニウム、銅、ニッケル、亜鉛、クロム、モリブデン、タングステンなどを効率よく捕捉除去して清浄化する方法に関するものである。

【0002】

この清浄化法によれば、研磨スラリーを簡単に効率よく清浄化できるため、清浄化した該研磨スラリーは、金属イオンの付着を著しく嫌う例えば高集積度の半導体ウエハなどの研磨にも支障なく使用することができ、また使用済み研磨スラリーを清浄化してリサイクル使用することも可能となる。

【0003】

【従来の技術】

近年、コンピューターの高速化が急速に進んでくるにつれて、用いられる半導体集積回路 (IC) は一段と高集積化してきている。こうしたICの高集積化に適合していくには、配線パターンを微細化すると共に多層積層構造を採用することが必要になってくる。そして、多層化を実現すべく各層をより平坦化するための技術として、化学的機械的研磨 (CMP) が汎用されている。

【0004】

CMPは、一般的に、回転する研磨パッドに研磨スラリーを供給しながら、キャリアに装着された半導体ウエハの表面を研磨することによって行われる。ここで用いられる研磨スラリーは、溶液に研磨材を分散させたもので、金属層や酸化膜層を化学的にエッチングさせるため酸性あるいはアルカリ性の溶液が使用される。

【0005】

また使用される研磨材としては、コロイダルシリカ、ヒュームドシリカ、ヒュームドアルミナ、沈降アルミナなどが例示され、研磨スラリーには、これらの研磨材に由来してFe, Al, Cu, Niの如き微量の不純金属イオンが含まれることがある。これら不純金属イオンを含む研磨スラリーを用いて例えばシリコンウエハ等の研磨を行なった場合、上記金属イオンはシリコン中に拡散し易いため、研磨されたウエハが不純金属イオンによって汚染される。

【0006】

他方、使用済みの研磨スラリーは、不純金属イオン含量が更に高くなっていることもあって、これまでは使い捨てにされてきた。しかし最近では、研磨剤コストの低減や排液量低減の要請もあって、使用済み研磨スラリーをリサイクル使用する試みがなされている。

【0007】

50

ところが研磨スラリーをリサイクル使用した場合、被研磨金属（タングステン等）からの溶出イオン、或いは研磨装置からのコンタミネーション等として混入してくるZn, Cr, Mo等の金属イオンが研磨スラリー中へ混入してくるため、これらの金属イオンが半導体ウエハを汚染する。そこで、研磨スラリー中の微量金属イオンを除去し、清浄化して再使用方法も検討されている。

【0008】

かかる清浄化法の一つとして、イオン交換樹脂やキレート樹脂を用いて金属イオンを捕捉除去する方法がある。この方法は、比較的簡便に金属イオンを除去できるという利点を有している反面、それらの樹脂は、例えばポリビニルスチレン等をモノマー成分として含む重合体を基材とする多孔質ビーズ状の樹脂であるため、樹脂内部への金属イオンの拡散速度が遅く、満足のいく処理効率が得られ難い。しかも、研磨スラリー中の研磨材が多孔質基材内に物理吸着される形で取り込まれるため、清浄化処理の進行につれて金属イオン捕捉有効表面積が急激に減少し、短時間のうちに処理効率が失われる。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記の様な事情に着目してなされたものであって、その目的は、CMPスラリーの如き研磨スラリーを簡単な方法で効率よく清浄化し、半導体ウエハなどの金属汚染を可及的に防止すると共に、研磨スラリーのリサイクル使用を支障なく遂行し得るような清浄化法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決することのできた本発明にかかる研磨スラリーの清浄化法とは、金属キレート形成能を有する官能基が繊維分子中に導入されたキレート形成性繊維を使用し、研磨スラリー中に存在する金属イオンを捕捉除去するところに要旨を有している。

【0011】

上記本発明における金属キレート形成能を有する官能基としては、アミノポリカルボン酸基またはリン酸基、或いは、アミノポリカルボン酸基またはリン酸基よりなる酸型官能基の少なくとも1部をアルカリ金属塩またはアンモニウム塩としたものが好ましく、また、アミノポリオール基も好ましいキレート形成性官能基の1つである。

【0012】

上記金属キレート形成能を有する官能基のより具体的な例としては、イミノ二酢酸基、ニトリロ三酢酸基、エチレンジアミン三酢酸基、エチレンジアミン四酢酸基、ジエチレントリアミン五酢酸基、エチレンジアミンニコハク酸基、グルタミン酸二酢酸基、N-メチル-D-グルカミン基、D-グルカミン基などが挙げられ、これらは、基材となる繊維分子中に各々1種のみが導入されて

いてもよく、或いは2種以上の複数種が導入されたものであっても構わない。

【0013】

基材となる前記繊維として特に好ましいのは、分子中に水酸基を有する繊維であり、具体的には、セルロースを主体とする植物性繊維や再生繊維、半合成繊維である。また本発明で清浄化の対象となる研磨スラリーとしては、前述した如く金属イオンの付着・混入が被研磨物の品質に重大な影響を及ぼす半導体ウエハ用の研磨スラリーなどが例示され、除去される金属イオンとしては、鉄、アルミニウム、銅、ニッケル、亜鉛、クロム、モリブデン、タングステン等が代表的なものとして挙げられる。

【0014】

そして、本発明の清浄化法を実施する具体的な方法としては、前記キレート形成性繊維を研磨スラリーに添加して接触させ、該スラリー中に含まれる金属イオンを、キレート形成性繊維分子中に導入されているキレート形成性官能基によってキレート捕捉させる方法であり、或いは、前記キレート形成性繊維が充填された容器に研磨スラリーを通すことによって、該スラリー中の金属イオンを捕捉除去する方法も好ましい清浄化法として推奨される。

【0015】

【発明の実施の形態】

本発明で使用するキレート形成性繊維は、動物性や植物性の天然繊維、再生繊維、合成繊維などの繊維分子中に、キレート形成能を有する官能基が導入されたもので、具体的には、本件出願人が先に特開平10-183470号、特開2000-169828号、同2000-248467号等として提示した様なキレート形成性繊維が例示される。

【0016】

即ちキレート形成性繊維を得る有効な方法としては、分子中に反応性二重結合とグリシジル基の双方を有する架橋反応性化合物（具体的には、アクリル酸グリシジル、メタクリル酸グリシジル、アリルグリシジルエーテル等）を用いて、繊維基材分子中にキレート形成性官能基を導入する方法などが例示される。

【0017】

より具体的には、天然繊維や合成繊維などの繊維基材を、例えばレドックス触媒などの存在下で上記架橋反応性化合物と接触反応させると、該化合物中の反応性二重結合が繊維分子と反応し、反応性官能基としてグリシジル基を有する基が繊維分子中にペンダント状にグラフト付加する。そしてこのグラフト付加物に、グリシジル基との反応性官能基を有するキレート形成性化合物（例えば、イミノ二酢酸基、ニトリロ三酢酸基、エチレンジアミン三酢酸基、エチレンジアミン四酢酸基、ジエチレントリアミン五酢酸基、エチレンジアミンニコハク酸基、

グルタミン酸二酢酸基、N-メチル-D-グルカミン基、D-グルカミン基、リン酸など)を反応させると、該反応性官能基が、グラフト付加した前記架橋反応性化合物のグリシジル基と反応し、繊維分子中にキレート形成性官能基が導入される。

【0018】

その結果、繊維分子の表面にキレート形成性官能基が導入され、該キレート形成性官能基がその付近に存在する窒素原子や硫黄原子などとの相互作用とも相俟って、重金属イオンや貴金属イオンに対して優れたキレート捕捉能を発揮することになる。

【0019】

上記キレート形成性官能基が酸型である場合は、上記の様に酸型のままで使用することも勿論可能であるが、捕捉除去すべき金属イオンの種類によっては、該酸型官能基の一部もしくは全部をアルカリ金属塩もしくはアンモニウム塩に変えることも有効である。

【0020】

ちなみに、酸型キレート形成性官能基が導入されたキレート形成性繊維をそのままで研磨スラリーと接触させると、研磨スラリーの種類によっては、該酸型官能基の存在によって該スラリーのpHが低下し、重金属イオンなどに対する捕捉効率が低下することがある。従ってその様な場合は、酸型キレート形成性官能基の導入後、これを研磨スラリーの清浄化材として使用するに先立って、該官能基の一部もしくは全部をアルカリ金属塩やアンモニウム塩に変えておくことが望ましい。そうすると、研磨スラリー中に含まれる特にCu, Ni, Cr, Co, Fe, Pb, Cdなどを効率よくキレート捕捉除去することができる。

【0021】

酸型のキレート形成性官能基をアルカリ金属塩やアンモニウム塩に変える方法には、格別特殊な条件を要するものではなく、通常の中和法を採用すればよい。具体的には、酸型のキレート形成性官能基が導入された繊維を、例えば0.01~1モル/リットルのアルカリ金属水溶液やアンモニア水にバッチ浸漬し、或いはカラム通液させて中和する方法が採用される。繊維基材としてセルロース系繊維を使用する場合、該中和処理工程でやや過剰量のアルカリを使用すると、酸型のキレート形成性官能基がアルカリ金属塩またはアンモニウム塩に変換されると共に、基材繊維自体がアルカリセルロースとなり、基材としての補助キレート作用の向上によって一段と優れた金属イオン捕捉作用を発揮するので好ましい。

【0022】

本発明で使用する上記キレート形成性繊維の基材となる繊維の種類は特に制限されず、植物繊維や動物繊維を含む天然繊維、再生繊維、ポリアミド繊維やポリエステル繊維などの合成繊維などを全て使用できるが、前述した様なキレート形成性官能基の繊維分子内への導入の容易

性や導入量、繊維材としての取扱い性やコストなどを総合的に考慮して特に好ましいのは、綿、麻、木材などを始めとする種々の植物性繊維；キュブラ、レーヨン、ポリノジック等の再生繊維；アセテートなどの半合成繊維；絹、羊毛などを始めとする動物性繊維である。

【0023】

これらの繊維の中でもとりわけ好ましいのは、セルロース系を主体とする植物性繊維、再生繊維、半合成繊維である。即ちセルロース系主体の植物性繊維は、分子中に無数のメチロール基や水酸基を有しており、前述した様な架橋反応性化合物を使用することでキレート形成性官能基を簡単に効率よく導入し得ることに加えて、酸型官能基をアルカリ塩やアンモニウム塩に変換する際に基材繊維自体がアルカリセルロース型となり、金属イオン捕捉作用が一段と高められるからである。

【0024】

上記基材繊維の形状にも格別の制限はなく、長繊維のモノフィラメント、マルチフィラメント、短繊維の紡績糸あるいはこれらを織物状や編物状に製織もしくは製編した布帛、更には不織布であってもよく、また2種以上の繊維を複合もしくは混紡した繊維や織・編物を使用することができる。また木材パルプや紙、更には木材片や木材チップ、薄板などを使用することも可能である。

【0025】

更に、処理される研磨スラリーとの接触効率を高めるため、上記基材繊維として短繊維状の粉末あるいはフィルター状に加工した繊維素材を使用することも有効である。

【0026】

ここで用いられる短繊維粉末の好ましい形状は、長さ0.01~5mm、好ましくは0.03~3mmで、単繊維径が1~50μm程度、好ましくは5~30μmであり、アスペクト比としては1~600程度、好ましくは1~100程度のものである。

【0027】

この様な短繊維状の粉末素材を使用すれば、金属イオンを含む研磨スラリーに該短繊維粉末状のキレート形成性繊維を添加して攪拌し、適当なサイズのスクリーンを通して該繊維を分離するといった簡単な方法で、研磨スラリー中に含まれる金属イオンを効率よく捕捉除去することができる。また場合によっては、該短繊維粉末状のキレート形成性繊維をカラム等に充填して研磨スラリーを通過させることによって、同様の金属イオン捕捉効果を得ることができる。

【0028】

なおキレート形成性繊維を濾材として使用する場合、濾材を構成する繊維素材に前述の様な架橋反応性化合物をグラフトさせた後、繊維分子にグラフト結合した該架橋反応性化合物のグリシジル基にキレート形成性化合物を付加反応させてキレート形成性官能基を導入し、これを

上記の様な濾材形状に加工して使用すればよいが、この他、上記繊維素材を適当な濾材形状に加工して浄化装置内へ組み込み、該装置内に組込まれた繊維基材に架橋反応性化合物を含む処理液を接触させてグラフト重合反応させ、更にキレート形成性化合物と接触させることにより、繊維基材に事後的にキレート形成性官能基を導入することも可能である。

【0029】

そして、上記の様にキレート形成性官能基が導入された繊維素材を用いて研磨スラリーを処理する際には、当該繊維素材に対してそのまま、或いは場合によっては、アルカリ水やアンモニア水にバッチ浸漬し、あるいはカラム通液することにより、酸型をアルカリ塩もしくはアンモニウム塩に変えてから、研磨スラリーを処理すればよい。

【0030】

この様に、濾材としての機能を与えた繊維素材にキレート形成性官能基を導入すれば、キレート捕捉能と粗大夾雑物捕捉能を兼備させることができ、研磨スラリー中に混入することのある粗大夾雑物も同時に除去して清浄化することができる。

【0031】

尚、繊維基材の分子中にキレート形成性官能基を導入する方法としては、前述した如く架橋反応性化合物を介してキレート形成性化合物を反応させる方法が工業的に有効であるが、もとよりこれらの方法に限定されるわけではなく、要はキレート形成性官能基を繊維分子中に導入し得る方法であれば、例えば前掲の特開平10-183470号、特開2000-169828号、同2000-248467号などに開示されたような方法を採用することも勿論可能である。

【0032】

また前記では、キレート形成性官能基として最も有効なアミノポリカルボン酸基、より具体的にはイミノ二酢酸基、ニトリロ三酢酸基、エチレンジアミン三酢酸基、エチレンジアミン四酢酸基、ジエチレントリアミン五酢酸基；およびリン酸基を示したが、この他、エチレンジアミンニコハク酸基、グルタミン酸二酢酸基、N-メチル-D-グルカミン基、D-グルカミン基などのキレート形成性官能基を導入したものも勿論本発明の技術的範囲に包含される。

【0033】

繊維基材としてセルロース系の繊維を使用し、該分子内に架橋反応性化合物を用いてキレート形成性官能基を導入する方法は特に制限されないが、好ましい方法を例示すると下記の通りである。

【0034】

即ち、セルロース系繊維を予め2価鉄塩水溶液に室温で1~30分程度浸漬し、その後洗浄してから、過酸化水素水、二酸化チオ尿素および架橋反応性化合物（必要に

より乳化剤などの均一反応促進剤）を含む水溶液に浸漬し、40~100℃で10分~5時間程度反応させる。

【0035】

この方法によれば、架橋反応性化合物がセルロース系繊維分子中の水酸基やアミノ基に効率よくグラフト反応し、前記キレート形成性化合物と容易に反応するグリシジル基を繊維分子内に効率よく導入できる。

【0036】

次いで、上記反応によりグリシジル基が導入された繊維とキレート形成性化合物を、水やN, N'-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等の極性溶媒中で、必要により50~100℃で10分~数十時間程度加熱して反応させると、前記キレート形成性化合物中のアミノ基や酸基などが前記グリシジル基と反応し、繊維分子中にキレート形成性官能基が導入される。

【0037】

繊維基材に対するキレート形成性化合物の導入量は、繊維分子中の反応性官能基の量を考慮し、その導入反応に用いる架橋反応性化合物の量、あるいはキレート形成性化合物の量や反応条件などによって任意に調整すればよいが、繊維に十分な金属イオン捕捉能を与えるには、下記式によって計算される置換率で10質量%程度以上、より好ましくは20質量%程度以上となる様に調整することが望ましい。

置換率（質量%）＝〔（置換基導入後の繊維質量－置換基導入前の繊維質量）／置換基導入前の繊維質量〕×100

（ただし置換基とは、架橋反応性化合物とキレート形成性化合物に由来して導入された全置換基を意味する）。

【0038】

金属イオン捕捉能を高めて清浄化効果を向上させるうえでは、上記置換率は高い程好ましく、従って置換率の上限は特に規定されないが、置換率が高くなり過ぎると置換基導入繊維の結晶性が高くなって繊維が脆弱になる傾向があるので、金属イオン捕捉材としての実用性や経済性などを総合的に考慮すると、置換率は200質量%程度以下、より好ましくは100質量%程度以下に抑えることが望ましい。ただし、基材繊維の種類や形状、キレート形成性化合物の種類、あるいは用途等によっては、150~200質量%といった高レベルの置換率とすることにより、金属イオン捕捉能を高めることも可能である。

【0039】

上記の様にして得られるキレート形成性繊維は、前述の如く用いる繊維基材の性状に応じてモノフィラメント状、マルチフィラメント状、紡績糸状、不織布状、繊維織・緇物状、粉末状、フィルター状など任意の性状のものとして得ることができるが、いずれにしても、細い繊維分子の表面に導入されたキレート形成性官能基の実質的に全てが金属イオンの捕捉に有効に作用するので、例

例えば顆粒状やフィルム状などの捕捉材に比べると卓越した金属イオン捕捉能を発揮する。

【0040】

従ってこの繊維を金属イオン含有スラリーと接触させ、具体的には該繊維を研磨スラリーと混合して該スラリー中の金属イオンを捕捉させ、或いは、該繊維を任意の網目の不織布状や織・編物状に加工して研磨スラリーを通過させると、研磨スラリー中に含まれる金属イオンを効率よく捕捉除去することができる。

【0041】

かくして本発明によれば、金属イオンの付着を著しく嫌う、例えば高集積度の半導体ウエハの研磨用CMPスラリー等を始めとして、種々の研磨スラリー中に含まれる金属イオン、例えば鉄、アルミニウム、銅、ニッケル、亜鉛、クロム、モリブデン、タンゲステンなどを効率よく捕捉除去して清浄化することにより、金属汚染を可及的に防止することができる。あるいは、各種の金属イオンが混入した使用済みの研磨スラリーからでも金属イオンを効率よく除去して清浄化することができ、研磨スラリーのリサイクル再使用も支障なく実施し得るなど、現実的に即した多くの利益を享受できる。

【0042】

【実施例】

次に、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に含まれる。

【0043】

実施例1

長さ約0.5mmにカットした約3デシテックスのレーヨン糸に、メタクリル酸グリシジルを介してイミノ二酢酸を固定化したキレート形成性繊維（キレート形成性官能基の導入量：0.798ミリモル/g）0.5gを、不純金属としてCu；1.2ppm、Ni；0.9ppmを含むコロイダルシリカ含有酸性研磨スラリー（pH2.5）100mlに添加し、20℃で2時間攪拌した。その後、研磨スラリー中のCuとNiの濃度を測定したところ、いずれも20ppb以下であった。

【0044】

次に比較のため、上記キレート形成性繊維に代えて、市販のイミノ二酢酸型キレート樹脂を使用した以外は上記と全く同様の操作を繰り返し、研磨スラリー中のCuとNiの濃度を調べたところ、Cu；0.2ppm、Ni；0.3ppmであった。

【0045】

これらの結果を比較すれば明らかな様に、本発明の清浄化法によれば、従来法に較べて格段に高い効率で研磨スラリー中の金属イオンを捕捉除去し清浄化できることが分る。

【0046】

実施例2

平均長さで0.5mmにカットした約3デシテックスのレーヨン糸に、メタクリル酸グリシジルを介してイミノ二酢酸を固定化したキレート形成性繊維（キレート形成性官能基の導入量：0.808ミリモル/g）300gを、内径7cm、長さ25cmのポリプロピレン製容器内に充填し、該容器をハウジングに装着してから、0.5モル/リットルの水酸化ナトリウム水溶液を流速200ml/分の流速で5リットル通液した後、10リットルのイオン交換水を通液して洗浄し、ナトリウム型のキレート形成性繊維とした。

【0047】

これに、不純金属としてCu；0.5ppm、Fe；0.4ppmを含むコロイダルシリカ含有アルカリ性研磨スラリー（pH11.0）を200ml/分の流速で5リットル通液し、流出液中のCu、Fe濃度を測定したところ、いずれも20ppb以下に低減していることが確認された。

【0048】

実施例3

長さ約1mmにカットした約15デシテックスのレーヨン糸に、メタクリル酸グリシジルを介してN-メチル-D-グルカミンを固定化したキレート形成性繊維（キレート形成性官能基の導入量：0.750ミリモル/g）300gを、内径7cm、長さ25cmのポリプロピレン製容器内に充填し、該容器をハウジングに装着した後、これに不純金属としてCr；0.3ppm、Fe；0.2ppmを含むコロイダルシリカ含有酸性研磨スラリー（pH2.6）を200ml/分の流速で5リットル通液し、流出液中のCr、Fe濃度を測定したところ、いずれも20ppb以下に低減していることが確認された。

【0049】

40 【発明の効果】

本発明は以上の様に構成されており、CMPスラリーの如き研磨スラリー中に含まれる微量不純金属を効率よく捕捉除去できるので、研磨スラリーのリサイクル使用が可能となり、また高集積度の半導体ウエハなどに対しても、金属汚染を可及的に防止することが可能となる。

三重県四日市市日永東3丁目3-3 中部キレスト株式会社四日市工場内
Fターム(参考) 3C047 FF08 GG17

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**